# JP55023081A

# **MicroPatent Report**

## PRODUCTION OF OPTICAL FIBER BASE MATERIAL

[71] Applicant: SUMITOMO ELECTRIC IND LTD		
[72] Inventors: YOSHIDA MASAAKI;; YOKOTA HIROSHI	1 4HC £	1 SCC g
[21] Application No.: JP53097131	+	% +
[22] Filed: 19780808	Si0	i O s
[43] Published: 19800219	† •	ν †
	2H 2	0
	. +.	+
	SiC <b>2,</b>	\$iCC.
Retrieve text/document		

## [57] Abstract:

PURPOSE: To obtain an optical fiber base material of low water content and low transmission loss by filling a metal halide and oxygen gas into a pipe to remove water through heat replacement prior to a compacting process in production of the base material by an internally adhering CVD method.

CONSTITUTION: SiCl<sub>4</sub>, BBr<sub>3</sub>, POCl<sub>3</sub>, O<sub>2</sub>, etc. are introduced into a quartz pipe and heated to form a clad layer, and a core layer is deposited on the inside of the clad layer using SiCl<sub>4</sub>, GeCl<sub>4</sub>, POCl<sub>3</sub>, etc. Prior to a compacting process a metal halide such as SiCl<sub>4</sub>, GeCl<sub>4</sub>, BCl<sub>3</sub> or PCl<sub>5</sub> and oxygen gas are filled into the pipe to remove water contained in the pipe according to the reaction of equation I. The pipe is then heated to form a chlorine gas atmosphere according to the reaction of equation II, and trace amts. of water are removed by replacement with chlorine. Thereafter, the compacting process is carried out to obtain an optical fiber base material of low water content. Water is a cause for a transmission loss.

COPYRIGHT: (C)1980,JPO&Japio

[51] Int'l Class: C03B03700 G02B005172



### (9) 日本国特許庁 (JP)

①特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭55-23081

(5) Int. Cl.<sup>3</sup> C 03 B 37/00 G 02 B 5/172 識別記号

庁内整理番号 7730-4G 7529-2H 砂公開 昭和55年(1980)2月19日

発明の数 1 審査請求 未請求

(全 3 頁)

**ᡚ光ファイバ素材の製造方法** 

②特 願 昕

願 昭53-97131

20出

願 昭53(1978)8月8日

個発 明 者 吉田雅朗

横波市戸塚区田谷町1番地住友 電気工業株式会社横浜製作所内 ⑫発 明 者 横田弘

横浜市戸塚区田谷町1番地住友 電気工業株式会社横浜製作所内

⑪出 願 人 住友電気工業株式会社

大阪市東区北浜5丁目15番地

個代 理 人 弁理士 青木秀実

明細物

1. 発明の名称 光ファイパ素材の製造方法 2. 特許請求の範囲

(1) 内付 C V D 法 により中空ガラス管の内側表面に光ファイバのクラッドおよびコ アとなるガラス膜を堆積させた後、該ガラス管に金属ハロゲン化合物と酸素ガスを充塡し、ついで加熱して水分を除去せしめ、その後該ガラス管の横断面が密になるように中実化せしめることを特徴とする光ファイバ素材の製造方法

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は内付 C V D 法により低損失な光ファイバ用素材を製造する方法に関するものである。 内付け C V D 法は、周知のように、反応ガスを反応 英管中に流し、これを管の外側から加熱して反応 させ、できたガラス層を管の内壁上にたかしたさせ る方法で、不純物の混入がなく、均一性の良い る方法で、不純物のれる方法として知られていまっ しかしこの方法においても ① 原料ガスに含の る水分と水素化合物、② 配管系、排気系から

入する水分、③中実化工程中の管内ガスに含まれ る水分、④出発母材であるガラス管からの拡散等 が光ファイバ素材に OH基として取り込まれ大き な光吸収を引き起こす。因みに 0.95μmの波長で水 分 1 ppm あたり 1.25 dB/km の吸収損失を生ずる。 原料ガスに含まれる水分、水素化合物は精製装置 により処理することにより除去することは可能で あり、配管系・排気系からの水分の混入は微量で あり気化装置の改良によりその影響は無視出来る。 また出発母材であるガラス管からの 0 H 基の拡散 は、クラツド層の厚みを最適化することによりコ ア内への OH 基の拡散を防止することは出来る。 中実化工程中に管内ガスに含まれる水分は、光フ アイパで光が集中伝送されるコア領域中心部に取 り込まれるため、微量の混入でも大きな光吸収損 失を引き起こす。第1図(a)には光ファイバ素材断 面を、第1図(b)にはOH基の濃度分布を示すが、 中心部領域は光が伝送されるコア 11 であり、中 間部はガラス管 13 からの 歴移金属、 OH基等の 不純物拡散を防止するクラッド層 12 である。

第1図(b)の O H 基の断面内湿度分布から明らかなように、ガラス管からの O H 基の拡散混入はクラッド層 12 により防止されており、コア内の O H 基はその中心部に集中している。これより中実化工程に管内ガスに含まれる水分から混入した O H 基が光ファイバの吸収損失の主要因であることがで分る。

本発明はこのことを考慮し、中実化工程中に管内 ガスに含まれる水分が OH基としてファイパ素材 のコア内に取り込まれることを安定に防止し、水 分を含有しない光ファイパ素材を製造する方法を 提供するものである。

この発明では、水分が反応してガラス中に OH基として存在するよりも塩化水素として存在する方が安定なこと及び OH基としてガラス中に取り込まれたものが塩素により置換され除去されることに注目し、 SiCL4、GeCL4、BCL8、 POCL4、PCL5、PCL5、 ALCL4、TiCL4、等の金属ハロゲン化合物と酸素ガスをガラス管の横断面が密になるようにする'中実化工程前

特開 昭55-23081(2) に管内に充塡し、管内に含まれる水分を次式等の ような加水分解反応を行なわしめ塩化水素の状態

SiC
$$\ell_4$$
 + 2H<sub>2</sub>O  $\rightarrow$  SiO<sub>2</sub> + 4HC $\ell$   
GeC $\ell_4$  + 2H<sub>2</sub>O  $\rightarrow$  GeO<sub>2</sub> + 4HC $\ell$   
2POC $\ell_3$  + 3H<sub>2</sub>O  $\rightarrow$  P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> + 6HC $\ell$ 

にしたのち、さらに外部加熱顔により加熱し充塡 された金属ハロゲン化合物と酸素ガスを次式

SiC
$$\ell_4$$
 + O<sub>2</sub>  $\rightarrow$  SiO<sub>2</sub> + 2C $\ell_2$   
GeC $\ell_4$  + O<sub>2</sub>  $\rightarrow$  GeO<sub>2</sub> + 2C $\ell_2$   
4POC $\ell_3$  + 3O<sub>2</sub>  $\rightarrow$  2P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> + 6C $\ell_2$ 

の如く反応せしめ管内を塩素ガス努囲気とし、微 最に取り込まれた水分を塩素と置換し除去せしめ るものである。

以上は金属ハロゲン化合物の中、塩素化合物について説明したが弗素化合物例えば SiF4、SiC2Fa、BsF および臭素化合物例えば SiBr4、BBra 等についても同様の脱水効果が得られる。

第2図には本発明の装置概観図を示す。

旋盤 28 に装着されたガラス管 28 に充塡ガスとしてキャリアガスに搬送された金属ハロゲン化合物 21 と酸素ガス 22 を配管により導き、加熱源 26 により長手方向 27 の向きに移動させながら加熱する。次に石英管の排気端を封じ充塡したのちバルブ 23 を開き金属ハロゲン化合物と酸素ガスの混合ガス 23 を排気処理系 29 に導入しながら、加熱源 26 の加熱温度を上げ、中空ガラス管の横断面が密になるように中実化する。

以下に実施例を示す。

外径 20 mm が、長さ 1000 mm の石英管内へクラッド 層を形成するために SiCL4 178 cc/mm、 BBra 12 cc/mm、 POCLa 5 cc/mm、 O2 0.9 4/mm送り込み外部から酸水素炎により 1150 cc (光高温計により測定) に加熱して SiO2-B2O3-P2O5 の合成ガラス膜を 20 層堆積させ、その内側に SiCL4 51 cc/mm、 GeCL4、 POCL3 を 2 乗分布になるようにそれぞれ 0~17 cc/mm、 0~3 cc/mm 逐次変化させ SiO2-P2O5-GeO2 組成の合成ガラス膜を 80 回コア層として堆積させた。次に POCL3 4 cc/mm、 O2 0.8 4/mm の混

合ガスを管内に吹き流した状態で石英管の排類を POCLaとO2 ガスの混合ガス 23 で充塡した水 のルブ 24 を開き混合ガスを排気処理系に(のみる がいがら酸水素炎による加熱温度を 1850 で(がらいまる がいる酸水素炎による加熱温度を 1850 で(がらいまる かないまるかが、は、 ででは、 の石英管部を中実化した。以上の製造されたが、 の石英管部を中実化した。以上の製造されたが、 でで、 の石英管部を中実化した。のののでは、 のでは、 ので、 ので、 ので、 ので、 ので、 ので、 のので、 のので、 のので、 のので、 のので、 ののので、 のので、 のので、

4.図面の簡単な説明

第1図(a)は内付 CVD法により製造される光ファイバ素材断面第1図(b)は OH基の断面内濃度分布を示す。

11 …… コア ( 光伝送領域 )

12 …… クラッド

13 …… ジャケツト (石英管)

第2図は本発明を実施する装置概観図

21 …… キャリアガスに搬送された金属ハロゲン化合物

22 …… 酸素ガス

23 …… 混合ガス

24 …… バルブ

25 …… 石英管

26 …… 加熱源

27 …… 移動方向

28 …… 旋 盤

29 …… 排気処理装置

第3図はこの発明の方法で処理した光ファイバと 従来法による光ファイバの伝送損失波長特性を示 す。

代理人 弁理士 青 木 秀 実 💸



